

⑫ 公開特許公報(A) 平2-285238

⑬ Int.Cl.<sup>4</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 平成2年(1990)11月22日

G 01 N 15/02

A

7005-2G

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全4頁)

⑮ 発明の名称 レーザ回折式粒度分布測定装置

⑯ 特 願 平1-108059

⑰ 出 願 平1(1989)4月27日

⑱ 発 明 者 松 居 正 己 茨城県つくば市吾妻3丁目17-1 株式会社島津製作所筑波分析センター内

⑲ 出 願 人 株式会社島津製作所 京都府京都市中京区西ノ京桑原町1番地

⑳ 代 理 人 弁理士 武石 靖彦

明 細 書

1. 発明の名称

レーザ回折式粒度分布測定装置

2. 特許請求の範囲

1. 試料を流通させたフローセルにレーザ光を照射し、それから生じる回折光を測定することにより試料中の粒度分布を測定するレーザ回折式粒度分布測定装置において、

前記フローセルに試料を循環流通させる流路を非付着性の材質で形成すると共に、試料の流通手段を圧送手段にて構成することを特徴とするレーザ回折式粒度分布測定装置。

3. 発明の詳細な説明

(1) 産業上の利用分野

本発明は、特に凝集や付着力の強い試料粒子の粒度分布を測定するのに有用なレーザ回折式粒度分布測定装置に関する。

(2) 従来の技術

従来のレーザ回折式粒度分布測定装置の全体

構成図を第3図に示す。

1は、懸濁液を収容する試料容器、2は超音波バス、3は懸濁液を循環させる循環ポンプ、3は循環流路、4はフローセル、5はフローセル4内の懸濁液にレーザ光を照射するための半導体レーザ、6はコリメータ、7は回折光を集光するための集光レンズ、8は回折像を結像させる検出器、9は超音波バスに超音波を伝達する超音波振動子、10は発振器、11はステータ、12はスリット、13は側方散乱光を検出する散乱光受光素子、14はコンピュータである。

以上の構成において、粒度分布を測定するには、まず懸濁液8を超音波の振動により容器1内で浮遊させた状態とする。そして、ポンプ3により懸濁液8を容器1→フローセル4→容器1内で循環させる。循環中に半導体レーザ5よりフローセル4にレーザ光を照射すると、レーザ光は懸濁液8中の粒子により回折される。その回折光を集光レンズ7で集光すれば粒子群の背後にリング状の回折像が得られ、この回折光

リングの直径および強度分布が粒度分布と相関をもっており、粒度分布が測定できる。なお、粒度分布と相関をもつ曲折像パターンの解析はコンピュータ14により行われる。

(f) 発明が解決しようとする課題

上述した従来装置は、循環ポンプ3にはシグマポンプが用いられ、そして循環管路3'にはシリコンチューブキャピットチューブが用いられていた。

従って、凝集力や付着力の強い粉体を測定する場合に、試料がポンプ、チューブを経てフローセルに導かれる過程でポンプ、チューブ内に粒子が凝集したりした。

それ故、従来にあつては上記した粉体の測定にはレーザ曲折式粒度分布測定器は全く使えずフルイ法により行われていた。この方法は、網の目の異なるフルイを何枚にも積み上げ、どのフルイにどれ位の粒子が捕集されるかを見ることにより粒度分布を測定するものである。

しかしながら、この方法では測定に時間を要

し、 $40\mu\text{m}$ 以下の粒子を測定できず、さらにフルイの管理が容易でなかった。

そこで、本発明は上記課題を解決し、凝集力や付着力の強い粉体でもレーザ曲折式粒度分布測定装置で測定できるようにすることを目的とする。

(g) 課題を解決するための手段

本発明は、上記課題を解決するための試料を流通させるフローセルにレーザ光を照射し、それから生じる曲折光を測定することにより、試料中の粒度分布を測定するレーザ曲折式粒度分布測定装置において、

前記フローセルに試料を循環流通させる管路を非付着性の材質で形成すると共に、試料の流通手段を圧送液手段にて構成することを特徴とする。

ここで、非付着性の材質とは、例えばテフロンチューブが該当し、圧送手段としてはピストンポンプが挙げられる。

(h) 作用

る。

そして、33、34は本発明の特徴部分で、33が試料流通手段、34がテフロンチューブで形成された循環管路である。

試料流通手段33、漏斗状のポンプ槽332とピストンポンプ331で構成され、ピストンポンプ331はバッキン333を介してキャップ334によりポンプ槽332と連絡される。

キャップ334は、ピストンポンプ331を接続する穴の他に循環管路34を差し込むための穴が設けられている。

また、ポンプ槽332の下部は逆止弁335を介して循環管路34が連絡されている。

なお、ピストンポンプ331の動作はコンピュータ14で制御される。

次に、本発明の動作を説明する。

まず、試料を超音波の振動により容器1内で分散する。そしてピストンポンプ331を作動しポンプ槽332内を加圧すると試料は矢印の方向に流れる。この時試料はフローセル4を通るの

本発明は、試料を流通させる管路を非付着性の材質で形成しているため循環管内に試料が凝集付着することなく、また試料流通手段がシグマポンプではなく、圧送液手段にて構成しているので、ポンプ内に試料が凝集、付着することはない。

(i) 実施例

本発明の実施例を図面に基づいて説明する。

第1図は、本発明に係る装置の全体概略図で従来装置(第3図)と同じものに同じ番号が付けられている。

すなわち、1は懸濁液を収容する試料容器、2は超音波バス、4はフローセル、5はフローセル4内の懸濁液にレーザ光を照射するための半導体レーザ、6はコリメータ、7は曲折光を集光するための集光レンズ、8は曲折像を捕像させる検出面、9は超音波バスに超音波を伝達する超音波振動子、10は発振器、11はステラ、12はスリット、13は、側方散乱光を検出する散乱光受光素子、14はコンピュータであ

て従来装置と同じ手法で粒度分布を測定する。

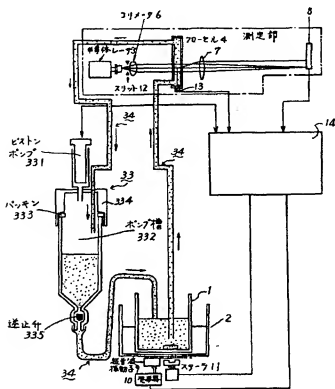
測定が終了すればピストンポンプ 331 により減圧と加圧をくり返せば同様な測定が何回も行える。

なお、ピストンポンプ 331 によりポンプ槽 332 内に減圧になっても槽の下部に逆止弁 335 が設けられているので試料が逆流することはない。

以上の動作において本発明の有効性を実験した例を第 2 図に示す。

これは、試料としてテフロン粉末を用いて行ったもので、第 2 図(a)は、従来装置で実験した場合の粒度分布曲線、第 2 図(b)は、本発明の装置で実験した場合の粒度分布曲線である。図中縦軸は、換算粒子量(体積%)、横軸は粒子径( $\mu\text{m}$ )を示す。

第 2 図より明らかなように本発明によれば、同一試料を数回測定した場合、全て同一結果を得ることがわかる。これは、測定回数を増加させても、試料がポンプや流路に凝集、付着しないことを意味する。



第 1 図

#### (b) 効果

本発明によれば、凝集や付着力の強い粒度分布の測定が可能となる。

更に、炭酸塩、炭酸酸、炭酸酸などの強酸溶液や強アルカリ液中に分散している粒子及びエチルメチルケトン、トルエン、テトラヒドロフランなどのようにシリコン、パイロチンチューブを溶解する有機溶剤に分散した粒子の粒度分布測定にも適用できる。

#### 4. 図面の簡単な説明

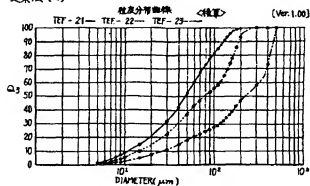
第 1 図は本発明の実施例を示す図、第 2 図(a)、(b)は従来装置と本発明装置によりテフロン粉末の粒度分布を測定したときの粒度分布曲線、第 3 図は従来図である。

33 … 試料流通手段

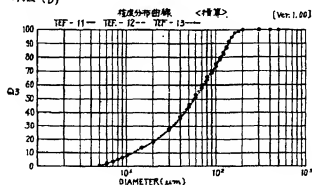
34 … テフロンチューブ

特許出願人 株式会社 島 津 製 作 所  
代 理 人 弁 理 士 武 石 増 彦

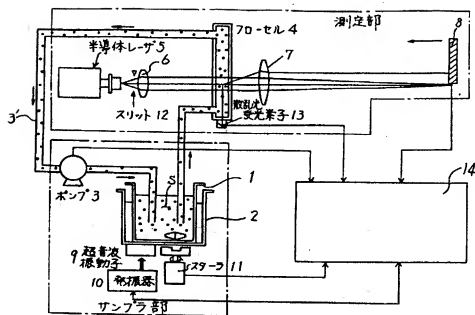
#### 従来法 (A)



#### 本法 (b)



第 2 図



第 3 図